

**CERTIFICATE OF PATENT
FOR INVENTION
Cert. No. 466219**

Title of the Invention:

HEATING CRUCIBLE FOR ORGANIC THIN FILM FORMING APPARATUS

Inventor(s):

Patent No. : ZL03125515.9 Int'l Cl.:C23C14/54

Date of Filing: September 3, 2003

Patentee(s):

SAMSUNG MOBILE DISPLAY CO., LTD.

Date of Issue: February 4, 2009

Cert. No.466219

Patent No. ZL03125515.9

This is to certify that this Office examined the invention pursuant to the Patent Law, decided to grant the patent right, issue this certificate, and record the grant in the Patent Register on February 4, 2009. The patent right shall come into effect from the date of issue.

The duration of the patent right in respect of this patent is 20 years counted from the date of filing. The patentee shall pay the annual fee as prescribed in accordance with the Chinese Patent Law and its Implementing Regulations. The time limit for payment of the annual fee for this patent is within one month before September 3, each year. Where the prescribed annual fee is not paid, the patent right shall cease from the date of expiration of the time limit by which the annual fee is to be paid.

This patent certificate records the legal status of the patent right at the time of registration. Other matters, such as patent transfer, pledge, invalidation, cessation and restoration, and any change of the patentee's name, nationality and address, shall be recorded in the Patent Register.

Tian Lipu
Director General

The State Intellectual Property Office of
The People's Republic of China

证书号 第466219号



发明专利证书

发明名称：有机薄膜形成设备用加热坩埚

发明人：崔然洙；宋玉根；金炯民；氏原孝志；胁本健夫
桥本尚文

专利号：ZL 03 125515.9

专利申请日：2003年9月3日

专利权人：三星 SDI 株式会社

授权公告日：2009年2月4日

本发明经过本局依照中华人民共和国专利法进行审查，决定授予专利权，颁发本证书并在专利登记簿上予以登记。专利权自授权公告之日起生效。

本专利的专利权期限为二十年，自申请日起算。专利权人应当依照专利法及其实施细则规定缴纳年费。缴纳本专利年费的期限是每年09月03日前一个月内。未按照规定缴纳年费的，专利权自应当缴纳年费期满之日起终止。

专利证书记载专利权登记时的法律状况。专利权的转移、质押、无效、终止、恢复和专利权人的姓名或名称、国籍、地址变更等事项记载在专利登记簿上。



局长

田力普



[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 03125515.9

[51] Int. Cl.

C23C 14/54 (2006.01)

C23C 14/12 (2006.01)

H05B 33/10 (2006.01)

[45] 授权公告日 2009年2月4日

[11] 授权公告号 CN 100457966C

[22] 申请日 2003.9.3 [21] 申请号 03125515.9

[30] 优先权

[32] 2002.9.3 [33] KR [31] 52898/02

[73] 专利权人 三星 SDI 株式会社

地址 韩国京畿道水原市

[72] 发明人 崔然洙 宋玉根 金炯民 氏原孝志

胁本健夫 桥本尚文

[56] 参考文献

US5157240A 1992.10.20

CN1057492A 1992.1.1

CN1103112A 1995.5.31

US6242719B1 2001.6.5

CN1058091A 1992.1.22

US2799764 1957.7.16

US6162300A 2000.12.19

US3842241 1974.10.15

CN1104758A 1995.7.5

审查员 孙红

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 黄力行

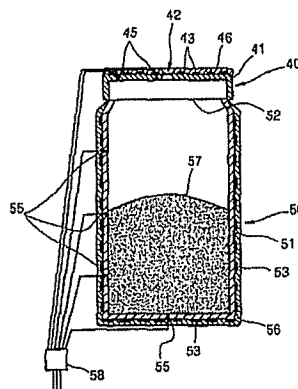
权利要求书 2 页 说明书 7 页 附图 4 页

[54] 发明名称

有机薄膜形成设备用加热坩埚

[57] 摘要

提供了一种用于有机薄膜形成设备的加热坩埚，其没有由于有机物质在喷嘴附近的盖子的内壁再结晶造成的盖子的喷嘴堵塞，并且可以准确、容易地测量并控制加热坩埚内的温度。加热坩埚包括容纳有机物质的主体，置于主体上的盖子，盖子由绝缘材料形成并且具有一个喷嘴，气态有机物质经喷嘴从主体中出来，在盖子的顶面上以薄膜形形成的盖子加热器，安装的体加热器包围了主体的外壁。



1. 一种有机薄膜形成设备用加热坩埚, 该加热坩埚包括:
容纳有机物质的主体;
位于主体上的盖子, 该盖子由绝缘材料形成并且具有喷嘴, 气态有机物质通过喷嘴从主体中出来;
在盖子顶面上以薄膜形形成的盖子加热器;
用于加热主体的体加热器;
还包括位于盖子加热器的表面上的耐热层; 以及
在盖子加热器与耐热层之间还包括反射层。
2. 权利要求1的加热坩埚, 其特征在于, 以单线图案形成的盖子加热器覆盖了盖子的整个顶面, 单线图案在两端具有正极和负极接线柱。
3. 权利要求2的加热坩埚, 其特征在于, 通过印刷, 用白金形成盖子加热器的单线图案。
4. 权利要求1的加热坩埚, 其特征在于, 盖子包括至少一个嵌入的热电偶。
5. 权利要求1的加热坩埚, 其特征在于, 盖子是由具有良好热辐射性的绝缘材料形成的。
6. 权利要求1的加热坩埚, 其特征在于, 盖子是由氧化铝形成的。
7. 权利要求1的加热坩埚, 其特征在于, 主体由绝缘材料形成, 体加热器以薄膜形形成于主体外壁上。
8. 权利要求7的加热坩埚, 其特征在于, 以单线图案形成的体加热器覆盖了主体的整个外壁, 单线图案在两端具有正极和负极接线柱。
9. 权利要求8的加热坩埚, 其特征在于, 通过印刷, 用白金形成体加热器的单线图案。
10. 权利要求7的加热坩埚, 其特征在于, 还包括位于体加热器表面上的耐热层。
11. 权利要求10的加热坩埚, 其特征在于, 在体加热器与耐热层之间还包括反射层。
12. 权利要求7的加热坩埚, 其特征在于, 主体由具有良好热辐射性的绝缘材料形成。

13. 权利要求 12 的加热坩埚, 其特征在于, 主体由氧化铝形成。

有机薄膜形成设备用加热坩埚

本发明要求 2002 年 9 月 3 日在韩国知识产权局申请的韩国专利申请 KR2002-52898 的优先权，在本文中引用其说明书全文作为参考。

技术领域

本发明涉及一种在有机薄膜形成设备中使用的加热坩埚，特别是，涉及一种在其外表面上具有薄层状加热器的有机薄膜形成设备中使用的加热坩埚。

背景技术

通常，有机电致发光 (electroluminescent(EL)) 器件包括位于基片上的阳极层和阴极层，该器件形成为彼此正交的预定图案，具有许多有机层，包括在阳极层和阴极层之间顺序的插入空穴传输层、发射层和电子传输层。

在具有上述这种结构的 EL 器件中，众所周知真空沉积技术适用于形成有机薄膜如空穴传输层、发射层和电子传输层。真空沉积技术包括：将欲在其上形成薄膜的基片装入 10^{-6} — 10^{-7} torr 的真空室中，和使加热坩埚中所含的有机物质蒸发或升华，从而将有机薄膜沉积在基片上。

在真空沉积方法中，作为待沉积有机物质容器的加热坩埚和用于使有机物质蒸发或升华的加热器直接影响有机物质沉积的有机薄膜的状况。为此，最近对加热坩埚进行了积极的研究。

图 1 和 2 显示了两种在形成有机薄膜的设备中广泛使用的常规加热坩埚。图 1 显示了一种开放式的加热坩埚 10，其包括在其顶部有口 12 的主体 11，和围绕主体 11 外壁的加热器 13。在一些文献中公开了这种开放式加热坩埚的例子。根据日本延迟公开专利 JP2000-223269 的说明书，为了提高有机薄膜均匀性，使用许多具有小开口的小加热坩埚。日本延迟公开专利 JP2000-12218 公开了通过使用带有加热器的加热坩埚提高有机薄膜厚度均匀性的技术，所述加热器与坩埚的外壁接触，其中可以探测并控制沉积速率以确保长时间稳定的膜沉积。日本延迟公开专利 JP2000-68055 公开了带有两个加热器的加热坩埚：一个加热器与

主体的外侧和底壁接触,另一个从主体底部突出。日本延迟公开专利 JP2000-160328 公开了能够提高沉积的有机薄膜均匀性的加热坩埚,其中面对围绕主体的加热器设置了热反射元件。

然而,实际上,使用这种向上完全开放的开放式加热坩埚沉积在基片上的有机薄膜的均匀性差。因为这个缺陷,尽管提高膜的均匀性已经成为与如上述专利中的开放式加热坩埚相关的研究的一个焦点,但由于是开放结构,所以它们仍然受到限制。另外,因为开放式加热坩埚消耗大量的有机物质从而提高了成本,所以难以使用它们来大规模生产电致发光器件。

另外一种在有机薄膜形成设备中使用的加热坩埚显示在图2中,其具有用于覆盖主体21的口22的盖子25。在加热坩埚20中,蒸发的有机物质经在盖子25中形成的喷嘴25a出来,以膜的形式沉积在基片上。当使用这种加热坩埚时,消耗的有机物质较少,而且可以在基片上沉积更均匀的有机薄膜。

在日本延迟公开专利 JP10-195639 中公开了这种带有盖子的加热坩埚的例子。根据这个专利的说明书,将直径比加热坩埚小的盖子放在含有有机物质的加热坩埚上,并靠近该有机物质,以更容易地控制沉积速率。已经提出许多其它用于改进盖子喷嘴结构的技术。

然而,这种具有盖子的加热坩埚存在以下问题。

如图2所示,因为仅在加热坩埚20的主体21的外围形成用于加热有机物质的加热器23,加热坩埚20的盖子25的、特别是喷嘴25a附近的温度较低。因此,在升华期间,有机物质在喷嘴25a附近再结晶,附着在盖子25的内壁上,并且最终堵塞喷嘴25a。通过升高主体21的外壁温度可以防止这种堵塞现象。然而,如果这样,在沉积期间有机物质产生化学变化,因此使所得器件的性能降低。因此,不允许在高于特定温度下加热主体21。

作为另一种解决堵塞问题的办法,可以在盖子25的顶部安装额外的加热器。在这种情况下,加热器向上辐射的热会使其中放有加热坩埚20的真空室变得过热,所以需要额外在盖子25上面安装耐热元件。因此真空室的结构变得复杂。在这种带有盖子的加热坩埚中,尤其是在加热坩埚的内部,难以安装热电偶,以测量加热坩埚或盖子的温度。

此外,因为利用从加热器中传出的热,所以上述的加热坩埚存在下面的问题。

随着有机物质通过蒸发或升华从加热坩埚中出来而且消耗的越来越多,加热

器的热传导区域变得较小，因此需要升高加热器的温度以使恒量的有机物质蒸发或升华。然而，升高加热器的温度会造成有机物质热解。特别是对于有机EL器件用、欲以薄膜形式沉积的有机物质来说，其在相近的温度下蒸发和发生变化，当控制加热器的温度时需要加倍注意。

发明内容

本发明提供一种有机薄膜形成设备用加热坩埚，该设备不存在由于有机物质在喷嘴附近的盖子内壁上再结晶造成的盖子的喷嘴堵塞。

本发明提供一种有机薄膜形成设备用加热坩埚，其具有能够准确、容易测量并控制加热坩埚内温度的结构。

本发明还提供一种有机薄膜形成设备用加热坩埚，其能有效地使有机物质蒸发或升华而不热解。

本发明也提供一种有机薄膜形成设备用加热坩埚，由于具有与加热器集成的盖子的简单结构，其易于装配和拆卸，并且此结构提高了生产率。

根据本发明的一种方面，提供了一种有机薄膜形成设备用加热坩埚，该加热坩埚包括：容纳有机物质的主体；位于主体上的盖子，该盖子由绝缘材料形成并且具有喷嘴，气态有机物质通过喷嘴从主体中出来；在盖子顶面上以薄膜形成的盖子加热器；用于加热主体的体加热器；还包括位于盖子加热器的表面上的耐热层，以及在盖子加热器和耐热层之间还包括反射层。

根据某一更具体的实施方案，主体由绝缘材料形成，体加热器在主体的外壁上以薄膜形式形成。在这种情况下，盖子加热器和体加热器可以形成为覆盖盖子整个顶面或主体整个外壁的单线图案(single wire pattern)，该单线图案在两个端点具有正、负极接线柱。通过印刷，用白金形成盖子加热器和体加热器中每一个的单线图案。

根据其它的具体实施方案，盖子和主体是由热辐射性能好的绝缘材料形成的，优选为氮化铝，更优选为氧化铝。

附图说明

通过结合附图详细描述示范性实施方案，本发明的上述和其它特点和优点将会变得更加明显：

图1是有机薄膜形成设备用常规的开放式加热坩埚的剖视图；
图2是有机薄膜形成设备用常规的带盖子的加热坩埚的剖视图；
图3是显示有机薄膜形成设备结构的剖视图；
图4A是根据本发明实施方案的加热坩埚盖子的局部剖面透视图；
图4B和4C是图4A的盖子的剖视图和平面图；
图5是根据本发明实施方案的有机薄膜形成设备用加热坩埚的剖视图。

具体实施方式

将更详细地描述根据本发明的有机薄膜形成设备用加热坩埚的实施方案。

参考图3，有机薄膜形成设备包括真空室31。在真空室31中，放置有欲在其上沉积薄膜的基片32，并将带有盖子40的加热坩埚50安装在基片32下，坩埚中含有欲以薄膜形式沉积的物质。在基片32和加热坩埚30之间，但更靠近基片32处安装掩模(mask)33，该掩模具有与待沉积在基片32上的所需薄膜的图案相对应的图案，同时用掩模框(mask frame)34支撑。操作安装在基片32上的磁体元件(magnet unit)35以使基片32更靠近以掩模框34支撑的掩模33。

在具有上述结构的有机薄膜形成设备中使用的加热坩埚50具有盖子40。图4A至4C显示了盖子40的一个实施方案。如图5所示，将放置在加热坩埚50上的盖子40与如盖子40顶部上的薄层一样形成的加热器集成。

如上所述，热量几乎不能从加热坩埚的外壁传到盖子的喷嘴区域，气态有机物质经过喷嘴区域从加热坩埚中出来，因此在加热坩埚的内部与喷嘴区域之间存在极大的温差。由于此温差气态有机物质再结晶，从而附着到喷嘴上并将其堵塞。

在本发明中，为了解决这个问题，如图4A所示，将盖子加热器43集成到盖体41中。特别是，在盖子40的中心形成喷嘴42，升华或蒸发的有机物质经过该喷嘴出来。盖子40包括电绝缘材料形成的盖体41，在盖体41的顶面上以薄膜形式形成的具有预定图案的盖子加热器43，在盖子加热器43的表面上形成的耐热层46，至少一个嵌入盖体41中的热电偶45。

盖子加热器43在两端有正极接线柱43a和负极接线柱43b，通过该接线柱提供外电流以产生热量，这两个接线柱分别与外部导线44a和44b相连接。通过

将具有预定电阻能产生电流的材料涂覆为薄膜形成盖子加热器 43。如图 4C 所示,优选的是盖子加热器 43 具有围绕喷嘴 42 的同心图案。然而,在盖子 40 的整个顶面上可以应用任何其它图案。图 4C 是盖子 40 的平面图,图中没有示出耐热层 46 以显示盖子加热器 43 的图案。

盖子加热器 43 可以通过丝网印刷由白金形成。可以采用任何能形成薄层状盖子加热器的材料和技术。例如,可以通过将含金属颗粒和金属氧化物的导电浆料印刷到加热体的表面上,并烧结该印刷的导电浆料而形成盖子加热器 43。或者,可以通过化学气相沉积(CVD)在盖子加热器 43 上形成薄石墨层。

当作为导热发生器的盖子加热器 43 形成时,但在其上安装薄层状盖子加热器 43 的盖体 41 是由电绝缘材料形成的。用于盖体 41 的合适电绝缘材料包括导热陶瓷材料,例如,氮化物陶瓷如氮化铝,和碳化物陶瓷如碳化硅。

然而,用于盖体 41 的优选材料包括具有良好热辐射性能的绝缘材料。在热传导型的盖子加热器中,其中由盖子加热器 43 产生的热量直接传递给有机物质,热传导的结果是可能使有机物质分解。然而,当盖子加热器 43 产生的热通过热辐射而不是热传导传递给有机物质时,能够在一定程度上消除这种有机物质热解的问题。因此,优选的是盖体 41 由具有良好的热辐射性能的材料形成,即使该材料的热导率低。使用具有良好热辐射性能的材料提高了热效率。具有良好热辐射性能材料的优选例子是氧化铝(Al_2O_3)。

正如从图 4B 中更明显地看出的,在盖子 41 上以薄膜形式形成的盖子加热器上形成耐热层 46。耐热层 46 阻挡盖子加热器 43 产生的热量传递到加热坩埚 50 上的外部空间,即,真空室 31 的内部空间,因此盖子加热器 43 产生的所有热量都被传递到加热坩埚 50 内部。在盖体 41 是由上述具有良好热辐射性能的材料形成的情况下,在耐热层 46 和盖子加热器 43 之间还可以插入反射层(未显示)。

如图 4B 所示当盖体 41 由上述陶瓷材料形成时,在盖体 41 中可以嵌入不止一个热电偶 45。可以在形成盖体 41 的过程中嵌入热电偶 45。由于将热电偶 45 集成在盖体 41 中,所以能够准确测量并且容易地控制加热坩埚 50 的内部温度。

将具有上述结构的加热坩埚 50 的盖子 40 放置为盖住加热坩埚 50 主体的口 52。如图 5 所示,可以在加热坩埚 50 主体的外壁上形成薄层状体加热器。该体加热器的基本构造可以与盖子加热器 43 的相同。

特别是,含有有机物质 57 的加热坩埚 50 的主体 51 是由电绝缘陶瓷材料形成的,并且具有预定图案的体加热器 53 可以以薄层的形式覆盖在主体 51 外壁上。体加热器 53 的形成和构造方法与上述盖子加热器 43 相同,因此省略了对其的详细描述。然而,优选的是覆盖在主体 51 底部上以外侧壁上。

可以形成耐热层 56 来包围在主体 51 上形成的体加热器 53,以防止热量散发到主体 51 之外并升高真空室的温度。在主体 51 的侧壁和底部中可以嵌入至少一个热电偶 55。

与盖子 40 一样,加热坩埚 50 的主体 51 可以由具有良好热性能的氮化物陶瓷或碳化物陶瓷,优选的是具有良好热辐射性的氧化铝形成。在主体 51 由氧化铝形成的情况下,在耐热层 56 和盖子加热器 53 之间还可以插入反射层(未显示)以提高热辐射。

如上所述,由于加热坩埚 50 包括许多嵌入盖体 41 和主体 51 中的热电偶 45 和 55,所以容易控制加热坩埚 50 内的温度。将盖体 41 和主体 51 各自的热电偶 45 和 55 与控制器 58 相连,这样可以通过控制器 58 控制盖子加热器 43 和体加热器 53。

在根据本发明的具有上述这种结构的加热坩埚中,其中将薄层状加热器集成到加热坩埚的盖子和主体的每一个中,虽然在上述实施方案中已经将加热器描述为是具有预定图案的加热丝,但也可以通过喷涂发热材料而使加热器形成加热块(heating block)。例如,可以通过用发热材料喷涂盖体,并将正极和负极接线柱与盖子加热器相连而形成喷涂的加热器,其中,当经由外导线向正负极施加预定电压时,喷涂的盖子加热器产生热。在这种情况下,可以理解的是:在喷涂的加热器上形成耐热层,并且至少将一个热电偶插入由具有良好热辐射性能的电绝缘陶瓷材料,优选是氧化铝形成的盖体中。可以将相同的喷涂加热器用于根据本发明的加热坩埚的主体上。

具有上述任何结构的本发明加热坩埚能用于沉积各种有机 EL 装置用有机薄膜,如空穴注入层、空穴传输层、发射层、电子传输层和电子注入层(electron injecting layer)等。另外,根据本发明的这种加热坩埚能用于直接沉积阴极,通过此阴极将电子注入有机 EL 器件。

上述根据本发明的加热坩埚提供下列效果。

第一,由于整个盖子均匀加热,甚至当较长时间地进行有机物质的沉积时,

在喷嘴附近也不出现由于有机物质再结晶造成的喷嘴堵塞。

第二，利用嵌入的热电偶能准确地测量并控制温度。

第三，由于将薄层状加热器集成到加热坩埚的盖子和主体的每一个中，所以加热坩埚有更高的加热效率，并能更容易地及时且迅速地控制加热坩埚内部的温度。

第四，根据本发明的加热坩埚的主体和盖子中的每一个都用加热器、热电偶和耐热层形成一个单体，易于将加热坩埚安装到真空室中并易于向加热坩埚中提供有机物质。

第五，因为根据本发明的加热坩埚的主体和盖子是由具有良好热辐射性能的陶瓷材料形成的，所以能使加热坩埚中所含的有机物质有效地蒸发或升华而不产生热分解，因此提高了有机 EL 装置的总生产率。

虽然参考本发明的示范性实施方案对本发明进行了详细的说明和描述，但本领域普通技术人员将会理解：可以对其中的形式和细节进行各种改变而不背离如下面权利要求所限定的本发明的精神和范围。

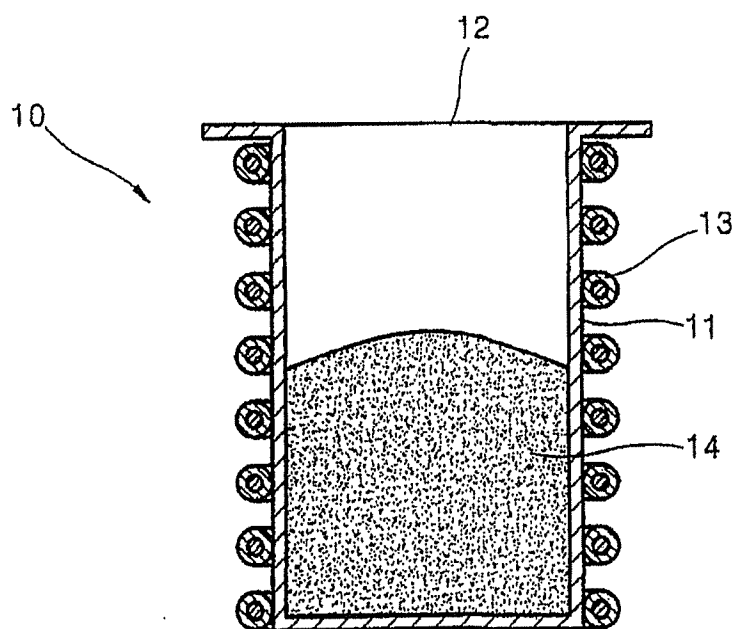


图 1

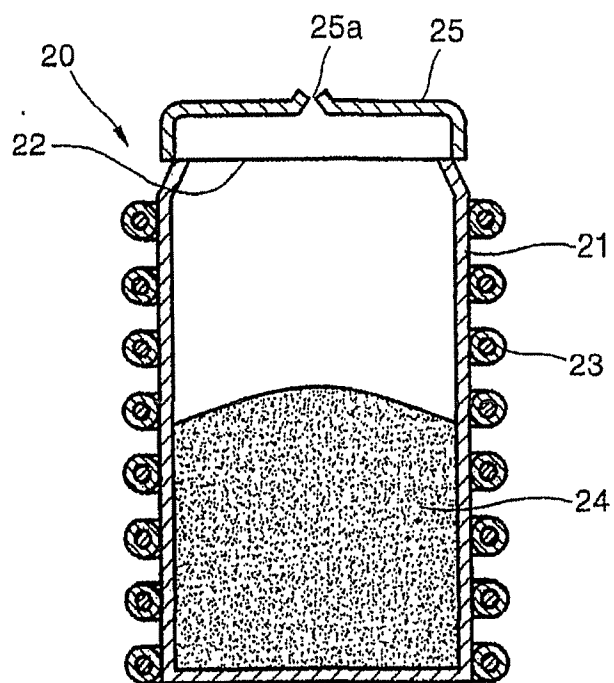


图 2

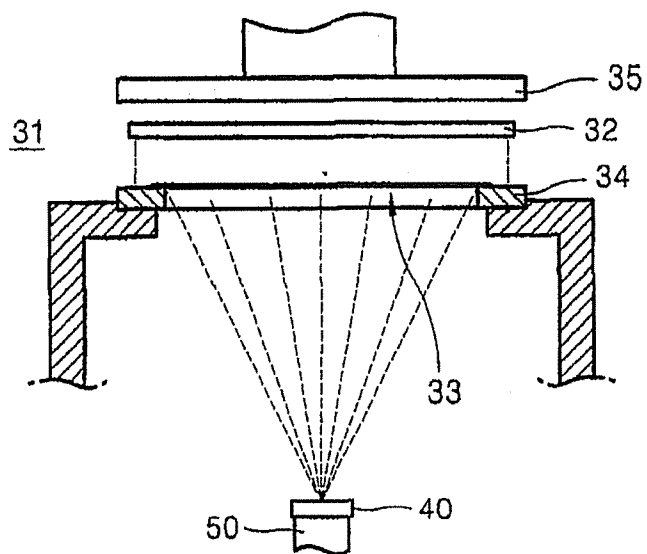


图 3

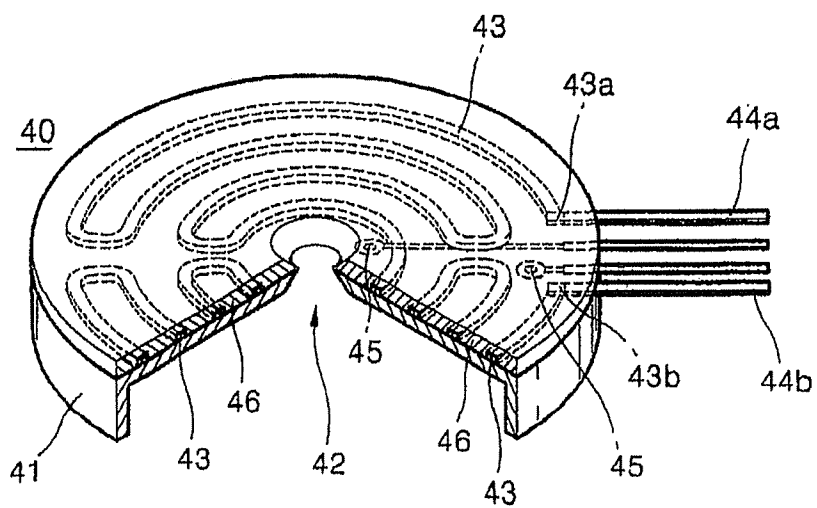


图 4A

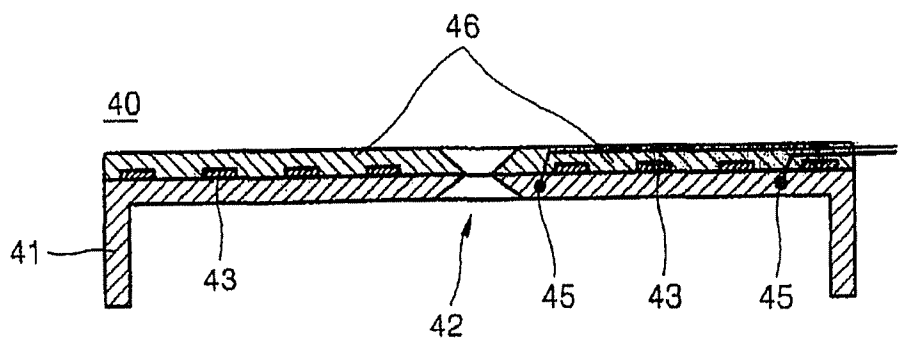


图 4B

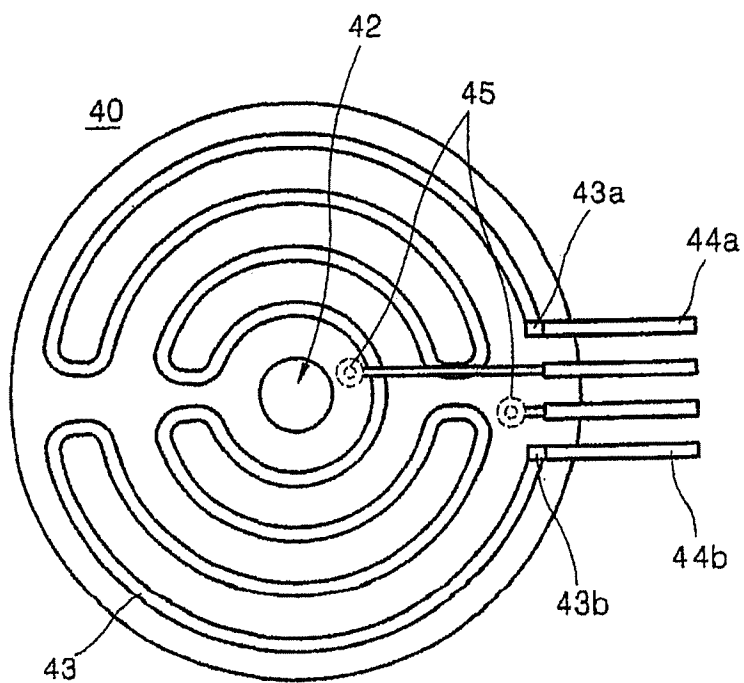


图 4C

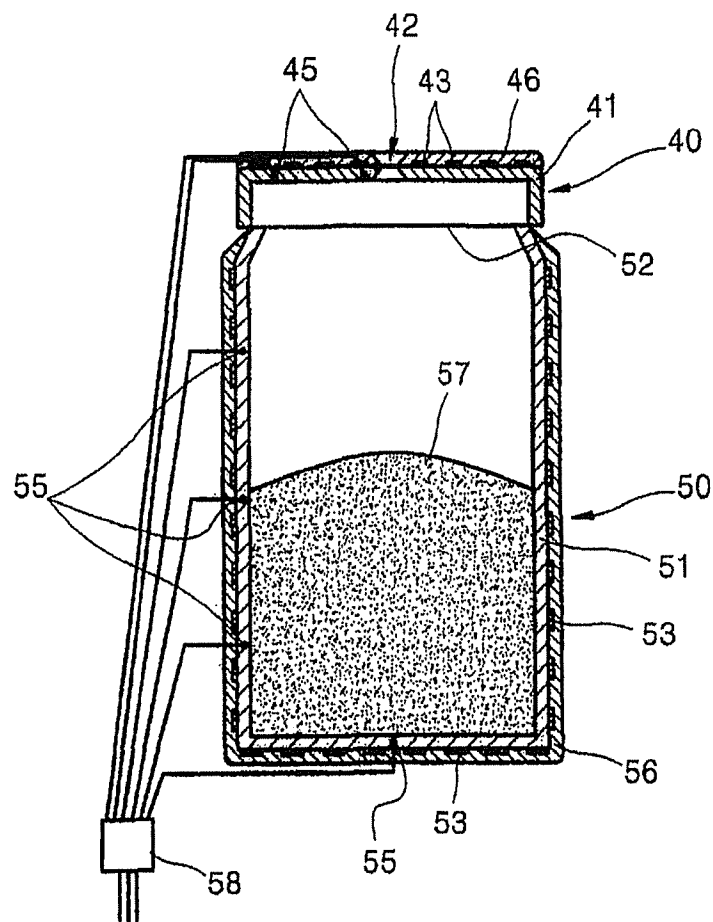


图 5